

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 特許公報 (B2)

(11)特許出願公告番号

特公平6-103686

(24) (44)公告日 平成6年(1994)12月14日

(51)Int.Cl.⁵ 識別記号 庁内整理番号 F I 技術表示箇所
H 01 L 21/304 361 V
F 26 B 7/00 9140-3L

請求項の数47(全10頁)

(21)出願番号 特願平1-306351
(22)出願日 平成1年(1989)11月24日
(65)公開番号 特開平3-169013
(43)公開日 平成3年(1991)7月22日

(71)出願人 99999999
シーエフエムテクノロジーズ, イン
コーポレイテッド
アメリカ合衆国 ペンシルバニア 19353
ライオンビル, ゴードン ドライブ
501
(72)発明者 クリストファー エフ. マッコネル
アメリカ合衆国 ペンシルバニア 19380
ウエスト チェスター, イースト スト
ラスパーク ロード 1680
(72)発明者 アラン イー. ウォルター
アメリカ合衆国 ペンシルバニア 19341
エックストン, ブレックノック ドライ
ブ 600
(74)代理人 弁理士 山本 秀策
審査官 西脇 博志

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 表面乾燥処理方法および装置

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】水洗流体内に完全に浸漬された物体の表面を乾燥させる方法であって、乾燥蒸気を供給して、前記水洗流体を乾燥蒸気で置換後に、液滴が前記物体の表面に実質的に残らず、また、水洗流体または乾燥蒸気が液滴の蒸発により実質的に除去されないような、十分に遅い水洗流体の乾燥蒸気による置換速度で、水洗流体を前記物体の表面から直接置換することにより水洗流体を乾燥蒸気で置換する工程を包含する表面乾燥処理方法。

【請求項2】前記水洗流体が液相での水である請求項1に記載の方法。

【請求項3】前記物体の表面が、前記乾燥蒸気により接触される前に該乾燥蒸気の温度前後まで加熱される請求項2に記載の方法。

【請求項4】前記乾燥蒸気の加熱が、前記水洗流体から

10

2

の熱伝達により行われる請求項3に記載の方法。

【請求項5】前記乾燥蒸気の加熱が、前記物体を懸架する支持容器からの固体同士の熱伝達により行われる請求項3に記載の方法。

【請求項6】前記水洗流体は、前記乾燥蒸気により下向に押される請求項1に記載の方法。

【請求項7】前記水洗流体は、外部のポンプ手段により前記物体から引き離される請求項1に記載の方法。

【請求項8】前記乾燥蒸気は、前記水洗流体の置換後に、乾燥した不活性で非凝縮性ガスを導入することにより前記物体の表面からバージされる請求項1記載の方法。

【請求項9】前記ガスは窒素である請求項8に記載の方法。

【請求項10】前記乾燥蒸気が飽和される請求項1に記

載の方法。

【請求項11】前記乾燥蒸気が過熱される請求項1に記載の方法。

【請求項12】前記乾燥蒸気は水と相溶性である請求項2に記載の方法。

【請求項13】前記乾燥蒸気は水と最小沸点の共沸騰混合物を生成する請求項2に記載の方法。

【請求項14】前記乾燥蒸気がイソプロパノールである請求項13に記載の方法。

【請求項15】前記乾燥蒸気が共沸騰混合物である請求項1に記載の方法。

【請求項16】前記乾燥蒸気はイソプロパノールと水の共沸騰混合物である請求項15に記載の方法。

【請求項17】前記水洗流体を前記乾燥蒸気で置換後に、前記物体の表面上に該水洗流体の液滴あるいは乾燥蒸気が実質的に残らないような速度で、該水洗流体の水面が該物体から下方に降下するように、該水洗流体を十分に流出させて除去し置換するために、該物体を懸架する支持容器を完全に密閉し、かつ、該物体の上から該乾燥蒸気を導入する請求項1に記載の方法。

【請求項18】前記乾燥蒸気は、前記物体の表面と反応性がなく、しかも大気圧において140°C未満の沸点を有する有機化合物である請求項1に記載の方法。

【請求項19】水洗と乾燥の工程の間で前記物体の表面の移動または取扱いを必要としない請求項1に記載の方法。

【請求項20】前記物体が懸架する容器が、前記水洗と乾燥の工程中に水力学的に満たされる請求項19に記載の方法。

【請求項21】前記物体は、水洗流体の取出し直後に乾燥蒸気でガスシールされる請求項20に記載の方法。

【請求項22】前記物体が半導体ウエハである請求項1に記載の方法。

【請求項23】前記乾燥蒸気は、前記物体の表面と接触する前に気相で濾過される請求項1に記載の方法。

【請求項24】前記乾燥蒸気が、前記物体の表面を乾燥した後に集められて再循環される請求項1に記載の方法。

【請求項25】前記乾燥蒸気は、前記水洗流体との共沸騰混合物の形で再循環される請求項24に記載の方法。

【請求項26】前記物体が半導体ウエハであり、前記水洗流体が温水であり、前記乾燥蒸気がイソプロパノールであり、かつ、該物体を懸架する支持容器を完全に密閉して行う表面乾燥処理方法であって、

ウエハ面上に液滴が実質的に残らないような速度で、水面がウエハから下方に降下するときに前記水を除去して置換するために、ウエハの上からイソプロパノール蒸気を導入するようにされており、前記ウエハが前記蒸気と接触したときにその蒸気と実質的に温度が同一であるようにされている工程を包含する請求項1に記載の方法。

【請求項27】湿り物体の表面を乾燥させる装置であって、

洗净流体と乾燥蒸気と接触するために前記物体を支持する容器と、

前記乾燥蒸気を流入させる流入手段と、

前記水洗流体と前記乾燥蒸気とを流出させる流出手段と、

水洗流体を乾燥蒸気で置換後に液滴が表面上に実質的に残らず、また、水洗流体または乾燥蒸気が液滴の蒸発により実質的に除去されないような、十分に遅い速度で水洗流体が乾燥蒸気により置換されるように、水洗流体が前記容器から流出する速度および乾燥蒸気が前記容器に入流する速度を制御する制御手段と、
を有する表面乾燥処理装置。

【請求項28】完全に密閉されている請求項27に記載の装置。

【請求項29】前記物体の表面を、前記乾燥蒸気と接触する前に前記乾燥蒸気の温度前後まで加熱する手段を有する請求項27に記載の装置。

【請求項30】前記物体の表面と接触する前に前記乾燥蒸気を過熱するために、前記乾燥蒸気の圧力を減少させる弁手段を有する請求項27に記載の装置。

【請求項31】前記流入手段は、前記容器内にある前記物体の上にあり、また前記流出手段はその下にある請求項27に記載の装置。

【請求項32】水洗流体の取出し後に乾燥蒸気で物体をガスシールをするシール手段を有する請求項27に記載の装置。

【請求項33】前記乾燥蒸気で前記水洗流体の置換後に乾燥した不活性の非凝縮性ガスを前記容器に導入する手段を有する請求項27に記載の装置。

【請求項34】前記物体の表面が前記水洗流体および乾燥蒸気と接触する状態で、前記水洗流体と乾燥蒸気が前記物体表面と接触して通過中に前記物体が動かないよう保持する手段を有する請求項27に記載の装置。

【請求項35】前記水洗流体と乾燥蒸気が前記物体表面と接触する間に、前記容器を水力学的に満たすようにする手段を有する請求項34に記載の装置。

【請求項36】乾燥中に異なるガスの流入を防止するシール手段を有する請求項27に記載の装置。

【請求項37】前記容器から流出後に水洗流体と乾燥蒸気との混合物を濃縮する手段を有する請求項27に記載の装置。

【請求項38】濃縮した混合物を乾燥蒸気として前記容器へ再循環する手段を有する請求項37に記載の装置。

【請求項39】元の流体から飽和した乾燥蒸気を生成する蒸発器手段を有する請求項27に記載の装置。

【請求項40】前記蒸発器手段は、前記有機液体用の下水洗流体として温水を入れた容器内に浸漬された半導体ウエハを乾燥するための表面乾燥処理方法であって、

ウエハ面上に液滴が実質的に残らないような速度で、水面がウエハから下方に降下するときに前記水を除去して置換するために、ウエハの上からイソプロパノール蒸気を導入するようにされており、前記ウエハが前記蒸気と接触したときにその蒸気と実質的に温度が同一であるようにされている、封入された水を十分に流出させる方法を包含する表面乾燥方法。部ボイラセクションと上部保持セクション、および前記上部保持セクションの温度を前記有機液体の沸点に維持する手段から構成される請求項39に記載の装置。

【請求項41】前記温度維持手段には、前記ボイラから前記保持セクションへの伝熱量を制限する手段が設けられている請求項40に記載の装置。

【請求項42】前記蒸発器手段は全体が密閉される請求項39に記載の装置。

【請求項43】新鮮な有機液体および／もしくは再循環した乾燥流体を前記蒸発器手段に自動的に補給する補給手段を設けた請求項42に記載の装置。

【請求項44】前記補給手段は、前記保持セクション内の前記有機液体の温度を前記有機液体の沸点よりも低下させる手段を有する請求項43に記載の装置。

【請求項45】新鮮な有機液体および／もしくは再循環した乾燥液体の供給液の温度を、前記保持セクションの温度より低く維持する貯蔵手段を有する請求項44に記載の装置。

【請求項46】前記乾燥蒸気を容器手段に流入する前に前記乾燥蒸気相で濾過するフィルタ手段を設けた請求項27に記載の装置。

【請求項47】水洗流体として温水を入れた容器内に浸漬された半導体ウエハを乾燥するための表面乾燥処理装置であって、

ウエハ面上に液滴が実質的に残らないような速度で、水面がウエハから下方に降下するときに前記水を除去して置換するために、ウエハの上からイソプロパノール蒸気を導入するようにされており、前記ウエハが前記蒸気と接触したときにその蒸気と実質的に温度が同一であるようにされている、封入された水を十分に流出させるようになされている表面乾燥処理装置。

【発明の詳細な説明】

(産業上の利用分野)

本発明は、流体処理、もしくは湿式処理における表面の乾燥を目的とする。具体的には、本発明は半導体部品の製造、特に拡散、イオン注入、エピタキシャル成長および化学的気相沈着段階のような高温処理段階前における半導体ウエハの調整に関する。さらに本発明は拡散前の洗浄後における半導体の乾燥の方法と装置に関する。

(従来と技術および発明が解決しようとする課題)

半導体ウエハの製造において、数段階の処理はウエハと流体との接触を必要とする。このような処理段階の例としては、エッティング、フォトレジストストリッピングお

よび拡散前の清浄化がある。半導体ウエハの接触用の従来使用されている装置は、通常、半導体ウエハのラックを浸漬する一連のタンクまたはシンクから構成されている。例えば、米国特許番号3,607,478号、3,964,957号および3,977,926号では、ウエハ支持容器が説明されている。かかる従来の湿式処理装置では、いくつかの困難が生じる。

タンクは大気に開放されているので、空気媒介粒子が処理溶液中に侵入する可能性がある。これらの粒子は、ウエハがシンク中に浸漬されて、そこから吊り出されると、表面張力を介してウエハへ容易に移行する。この粒状汚染物は、ウエハ製造処理により製造される微細回路にとり非常に有害である。したがって、拡散前の清浄化中に、粒状汚染物を最小にすることが特に重要である。液体処理後、ウエハは、通常、乾燥する必要がある。乾燥処理中に汚染物が全く生成してはならないという重要な処理であるため、これは、特に発明の目的となる処理といえる。蒸発は、斑点もしくは縞を生じることが多いので好ましくない。超純水の蒸発でも、この超純水はウエハ面に対し非常に侵食性があり、短い水の接触期間でも微量のシリコンおよびシリコン酸化物を溶解するので、問題を生じことがある。引続く蒸発により、ウエハ面上に溶質物質の残留物が残されることになる。汚染および半導体不良の他の原因については、たとえば、J.Schade1, “集積回路内におけるデバイス不良のメカニズム”, 半導体デバイス1983年度第69回大会（物理学会、ロンドン1984年）105～120で発表されている。

従来半導体は、回転水洗乾燥装置における遠心力により乾燥されている。これらの装置は、ウエハ面から水を放出する遠心力に依存しているので、使用に際し、いくつかの問題がある。第1に、ウエハ上に機械的応力が加わり、特に大形のウエハの場合にウエハの破損をもたらす。第2に、回転水洗乾燥装置内には多くの可動部品があるので、汚染を抑制することは困難となる。第3に、従来、ウエハは乾燥窒素中を高速で移動するので、ウエハ面に静電荷が生じる。反対の電荷を持つ空気媒介粒子は、回転水洗乾燥装置を開放すると急速にウエハ面に引きつけられ、結果として粒子汚染が生じる。第4に、上述した付随する欠点がある回転処理中に、ウエハ面からの水の蒸発を避けることは困難である。

最近、ウエハの蒸気または化学的乾燥に対する方法と装置が開発され、この中には、我々の米国特許番号4,778,532号において開示されている方法と装置がある。化学的乾燥は、一般に、2つの段階からなる。第1段階では、水洗流体好ましくは水が、ウエハから追い出され、水でない乾燥流体で置きかえられる。第2段階では、水でない乾燥流体は、事前乾燥ガス、好ましくは窒素などの不活性ガスを低速で使用して蒸発される。

日本で現在使用されている他の化学的乾燥処理は、ウエハ支持容器を脱イオン水のタンク中に順次浸漬させて、

ついで、沸騰しているイソプロパノールのタンク上にウエアを懸垂させることにより構成される。ウエハ支持容器は、ついで、イソプロパノール蒸気から徐々に引き出され、ウエハ面から水滴が除去される。

効果的なウエハ乾燥技術に対する最も重要な特徴は、製造されるウエハは、超清浄なわち、粒子汚染物が最小で、しかも化学的残留物が最小であるという点である。乾燥溶剤の多くは可燃性であるので、安全も非常に重要な考慮事項である。他の重要な設計基準としては、少ない化学薬品の消費量、少ない廃棄物の発生量、および操作員への暴露が全くないか殆どない自動取扱いが含まれる。

(課題を解決するための手段)

本発明の表面乾燥処理方法は、水洗流体内に完全に浸漬された物体の表面を乾燥させる方法であって、乾燥蒸気を供給して、前記水洗流体を乾燥蒸気で置換後に、液滴が前記物体の表面に実質的に残らず、また、水洗流体または乾燥蒸気が液滴の蒸発により実質的に除去されないような、十分に遅い水洗流体の乾燥蒸気による置換速度で、水洗流体を前記物体の表面から直接置換することにより水洗流体を乾燥蒸気で置換する工程を包含してなり、そのことにより、上記従来の問題が解決される。

また、本発明の表面乾燥処理装置は、湿り物体の表面を乾燥させる装置であって、洗浄物体と乾燥蒸気と接触するために前記物体を支持する容器と、前記乾燥蒸気を流入させる流入手段と、前記水洗流体と前記乾燥蒸気とを流出させる流出手段と、水洗流体を乾燥蒸気で置換後に液滴が表面上に実質的に残らず、また、水洗流体または乾燥蒸気が液滴の蒸発により実質的に除去されないような、十分に遅い速度で水洗流体が乾燥蒸気により置換されるように、水洗流体が前記容器から流出する速度および乾燥蒸気が前記容器に流入する速度を制御する制御手段と、を有してなり、そのことにより、上記従来の問題が解決される。

(作用)

エッティング剤、フォトレジストストリッピング剤または拡散前の清浄剤のような処理流体を除去するために半導体ウエハなどの物体の表面を水洗後、その表面を乾燥する本発明に従う方法と装置が提供される。乾燥蒸気で水洗流体を置きかえた後に表面に実質的に液滴が残らない速度で、表面上の水洗流体を直接置換することにより蒸気が水洗流体を置きかえるように、乾燥蒸気が表面に供給される。好ましくは、全閉した水力学的に充満したシステム内の物体の上から乾燥蒸気が供給され、液体レベルが下向に下がるにつれて、水洗流体が乾燥蒸気により表面から押し出される。

水洗流体は、通常は液相の水であるので、乾燥蒸気は水と相溶性であり、しかも水と最小沸点の共沸混合物を生成するのが好ましく、この点でイソプロパノールは特に好ましい。さらに乾燥蒸気は、実質的に純粋であると共に

に飽和しているか、好ましくは過熱されており、また表面は、接触前に乾燥蒸気の温度近く、好ましくはそれ以下の温度まで加熱される必要がある。これにより表面上に若干の蒸気凝縮が生じることがあり、また過大な凝縮は避けるべきであるが、乾燥蒸気の温度以上に加熱すると不十分な結果となる。

本発明の方法と装置にさらに含まれるものとして、水洗流体の置換後に乾燥蒸気をバージする乾燥した不活性の非凝縮ガスの供給装置、および処理容器から流出後に水洗流体と乾燥蒸気の混合物を濃縮するボイラと蒸留塔がある。

好ましい実施例において、飽和乾燥蒸気を生成する蒸発器には、上部ボイラセクションと下部保持セクションが設けられ、そこでは乾燥蒸気がボイラセクションで急速に生成され、乾燥蒸気の丁度沸点で下部セクションに保持される。これは、ボイラセクションから保持セクションへの熱伝達量を制限する絶縁ガスケットを設けることにより達成できる。蒸発器は、好ましくは全閉であり、また好ましくは蒸発器の温度以下に維持される貯蔵源から新鮮な乾燥流体を引き込む減圧を生じるように、上部保持セクション内の流体の温度を下げることにより新鮮な乾燥流体を自動的に補給される。適切な潜熱曲線（圧力とエンタルビの線図）を持つ飽和乾燥蒸気は、好ましくは、圧力降下弁の手段で過熱され、しかも、蒸発器と処理容器の間で濾過される。

(実施例)

本発明は、各種の湿式処理または流体処理後において、固体物体、特に平面状物体の表面乾燥を広く目的としたものであるが、本発明は、拡散前の清浄化と水洗後における半導体ウエハの乾燥に特に言及して説明されるので、同一の一般的原理は他の湿り表面にも適用されることが理解される。

さらに、本発明の乾燥システムは、各種の清浄化、エッチングまたは他のウエハ処理方法と装置と共に使用できるが、本システムは、米国特許4,775,532号で説明され、請求されているように、処理流体を使用してウエハを処理する方法と装置での使用にとりわけ適している。したがって、本発明は、その出願で説明される蒸気または化学的乾燥システムに代わることができる改良である。

同様に、各種のウエハ支持容器は、ここで説明するように、水洗および乾燥流体中での半導体ウエハを懸垂するのに使用できるが、特に、我々の米国特許4,577,650号で説明するウエハ支持容器は、本発明の方法と装置においての使用に適することが判明している。かかる支持容器は、本発明を図示する目的で、本出願の第2図に単純化した形で示されている。

本発明を実施する装置には、第1図に示すように、3個の主な装置、すなわち、乾燥蒸気を生成する蒸発器と、水洗流体と乾燥蒸気で処理するためにウエハを保持

する容器12と、処分および／もしくは再使用のために使用済み水洗流体と乾燥蒸気を濃縮するボイラ14とが設けられている。これらの3個のユニットは、その付属する配管、弁および他の構成物と共に、第1図に概略示されている。

まず、第2図を参照して、本発明で使用される好ましい容器12について説明する。我々の米国特許第4,577,650号でさらに詳細に説明されている型式の上部と下部のウェハ支持容器18および20内には、側面側から見て示されている、2列の並列垂直に配向したウェハの形態で、複数の半導体ウェハ16が懸垂されている。2個のかかるウェハ支持容器18、20は、1個が他の上部に積み重ねられた状態が第2図に示されるが、容器12は、このような支持容器を1個だけ、または3個以上設けることも可能である。いくつかの例では、垂直方向への積み重ねにより、下部の支持容器への好ましくない滴下が生じることがある。

ウェハ支持容器18および20は、流体入口24へ接続される上部容器クランプ22、および流体出口28へ接続される下部容器クランプ26により所定位置に保持される。第2図において、容器12は、上部が乾燥蒸気32で満たされて、上側のウェハ支持容器18内のウェハを通しガス-液体-固体の界面34が下方に押されるにつれて、水洗液体30が部分的に満たされている。

第3図において容器12は、SEMI (Semiconductor Equipment and Material Institute, Inc.) 承認のウェハ支持容器が並列して配置されるように設けられている。この実施例における上部容器クランプ22'は、ベルジャーの形状であり、ガスケット25とクランプ取付具27により、下部容器クランプ26'上にシールされている。ウェハ容器18'および20'は、ウェハ16'を保持した状態で、下部容器クランプ26'内のロッド21上に支持されている。第3図において、容器12'は、水洗流体が空になった状態が示される。

本発明を実施する際に、他の容器配置(図示されない)を採用することも可能である。例えば、他の実施例では、システムをシールし、オーバフローと廃液を除去するため、第3図の上部容器クランプ22'に類似したベルジャー型のような適切なカバーを有する下部容器クランプ内に位置するオーバフロー型シンク内に1個以上のウェハ支持容器を設けることができる。乾燥流体で水洗流体を直接、置換する間に、異なるガス、たとえば窒素ガスの流入を防止するように、乾燥蒸気でウェハの回りの蒸気空間をガスシールするために、システムをシールすることが重要である。

第1図を参照すると、蒸発器10には、下部のボイラセクション36と上部の保持セクション38とが設けられており、ボイラセクション36と保持セクション38のメタルケーシングは、絶縁ガスケット40で分離され、そのガスケットにより下部メタルケーシングから上部メタルケーシ

ングへの熱伝達量が制限される。

ボイラセクション36には、加熱バンド42または他の適当な伝熱装置が設けられ、乾燥流体をその沸点以上に急速に加熱する。ボイラセクション36は、伝熱面が常に浸漬するように液体の乾燥流体を必ず満杯にしておく必要がある。この目的のために、液面検知器とスイッチ(図示されない)を設けることができると共に、乾燥液体の温度の測定用および加熱バンドの温度監視用に抵抗温度検知器(図示されない)も設けられる。

10 絶縁ガスケット40は、任意の適切な材料のものでよく、ボイラセクション36の熱に耐え、しかも乾燥流体による腐食にも抵抗があるので構成される。たとえば、ボイラセクション36と保持セクション38の2枚のANSIフランジ間に入れられる囲いガスケットが適切である。この絶縁ガスケットにより、メタルケーシングと共に内部乾燥流体の急激な昇温をもたらす厄介な温度圧力の行過ぎが防止される。このようにして、ボイラセクション36は、乾燥蒸気を急速に生成するように高温であるが、保持セクション38は、高圧沸点である乾燥流体の沸騰温度に丁度に保つようにされている。

保持セクション38は、蒸発器10の液体容量を実質的に保持し、上端のフランジ46近くで液体と蒸気を分離している。ガスケット48は、上述のガスケット40と同様に、フランジ46の間に入れて、液体と蒸気の界面近くにある保持セクション38の上端からの不必要的熱伝達を防止することができる。保持セクション38は、例えば、液面の検知器とスイッチ、外部加熱器、および水冷ジャケットなどの他の付属装置(図示されない)を設けることができる。

30 乾燥液体と蒸気は、チューブ50とクロス継手52を経て保持セクション38へ流入されるとともに、そこから流出される。新鮮な、および／もしくは循環される液体の乾燥流体は、流入ライン58に設けられる弁54(好ましくはベロ一弁)、およびフィルタ56(好ましくは商標「Millipore」として知られているサブミクロンフィルタ)を通して蒸発器10に流入し、この流入ラインは弁53を通して新鮮な乾燥流体の発生源(図示されない)へ接続され、および／もしくは後述される循環乾燥流体を提供する蒸留塔94および廃液受け槽95へ接続される。

40 飽和乾燥蒸気は、ライン64に設けた弁60(好ましくはこれもベロ一弁)、およびフラッシュ弁62を経て容器12に流入する。下記で詳細に説明するように、このフラッシュ弁は、圧力を低下させて、それにより飽和乾燥蒸気を過熱するのに使用できる。フラッシュ弁62と3方切換え弁68を通過した後、乾燥蒸気は、最終フィルタ69を通過する。ガスは液体よりも高度に濾過できるので、この最終フィルタ69は、例えば、East Technology, Inc.のFastek事業部により製造されたモデル「PGF-2フィルタ」のような0.01ミクロンのセラミックフィルタが使用される。

継手52には、蒸発器の過大圧力に対する非常用として圧力逃し弁66も設けられている。蒸発器10は、ボイラ36底部に保守用ドレン（図示されない）を設けることもできる。

容器12は、ウエハ16を処理するために容器12に流入する各種の処理流体、たとえばエッティング、ストリッピング、清浄化および／もしくは水洗用の流体を制御する他の弁70、72、74および76を設けられる。これらの流体が容器12へ流出および流入することを制御する方法は、例えば我々の米国特許第4,778,532号で詳細に説明されているが、これは本発明の一部を構成するものではない。乾燥流体が界面34にてウエハ16からの水洗流体を置きかえると、乾燥流体は水洗流体と混合し、水洗流体の上部に明確な乾燥流体層が形成され、その厚さは場合によっては1/2インチ以上に達することがある。

この最終の水洗流体と乾燥流体層は、容器12から流出し、ライン80に設けられる弁78または計量ポンプ79を経て、使用済み液体の濃縮および／もしくは処分用のボイラ14へ流入する。計量ポンプ79は、好ましくは、界面降下速度を適切に制御し、かつ乾燥時間を最適にするように可変速度ポンプが使用される。ライン80にある弁78と計量ポンプ79の直前に静電容量式スイッチ（リミットスイッチ）があり、容器12が完全に排液されたときを感知する。この時点で蒸気ライン64は閉じ、バージガスが弁71、68および70、ならびにフィルタ69を通り容器12に流入できる。

乾燥蒸気とバージガスは、容器12から流出し弁78を経てボイラ14に流入することができる。界面34の降下速度をさらに適切に制御し、乾燥時間を最適化するために、水洗流体は可変速度計量ポンプ79により、少なくとも降下の一部の期間中に取り出すことができる。水洗液体は弁79を通してドレンへ排液される。適当な時に、乾燥流体層とその直下にある水洗液体の層は、弁83を通してボイラ14へ切換え流入される。

ボイラ14には、バンド加熱器92または浸漬加熱器が設けられ、乾燥流体もしくは乾燥流体と水洗流体の共沸混合物を廃水から取り除く。蒸気は蒸留塔94へ流入して、さらに濃縮される。水冷式凝縮器86は、乾燥蒸気を凝縮する。冷却された非凝縮性ガス（たとえばバージガス）はペント88を通って流出し、他方、凝縮液の一部はドレン90を通って廃液受け槽95に流入し、蒸発器10用の供給ライン58へ再循環される。

蒸留塔94は、使用済み流体の再循環または処分に必要な乾燥流体の濃縮の程度に応じて、单一塔もしくは従来一般に採用されている構造の一連の塔にすることができる。蒸気が取り除かれた廃水は、オーバフロー弁96を通してボイラ14から流出し、使用済み流体の新しいバッチとして、次の運転からボイラ14に流入する。新鮮な乾燥流体は、弁83を通して再循環流体に追加することができる。

本発明の方法の実施において、乾燥流体は水洗流体と相溶性のものであり、しかも、好ましくは水洗流体と最小沸点の共沸混合物を生成するものが選択される。水は最も容易に入手できて通常使用されている水洗流体であるので、水と最小沸点の共沸混合物を形成する乾燥流体が特に好ましい。一般に、乾燥流体は、乾燥される表面とは非反応性であり、しかも、大気圧下で140°C未満の沸点を有する有機化合物でなければならない。

乾燥に最も有効な化学薬品はイソプロピルアルコール（イソプロパノール）である。イソプロパノールは、経済的で比較的安全（無毒性）であり、水と最小沸点の共沸混合物を形成する。また、重要な点として、イソプロパノールは表面張力が低く、また疎水性と親水性の両方の特性（すなわち、油と水の両方に混合できる）を有する。特定の理論に拘束されようとするなく、イソプロパノールは、親水性の水と比較的疎水性水表面との間の厄介な表面張力を破壊する傾向がある。界面34における固相はウエハ面であり、また液相は超純水であるので、ガス相特性の選択は大きな影響があり、イソプロパノールは最も満足する流体と考えられる。

本発明の方法は、上述した装置、および好ましい水洗流体（水）と乾燥蒸気（イソプロパノール）を参照して、ここで詳細に説明することにするが、この方法は他の適切な装置を使用して実施できるし、また他の水洗と乾燥流体の場合でも同様である。

我々の米国特許第4,778,532号の方法に従う半導体ウエハの湿式処理において、流体入口24が出口になり、流体出口28が入口になるように容器12を通して流体を上向に流すことは、若干の処理作業にとっては利点がある。これは、容器を通して通常は上向きに循環する水洗流体にもあてはまる。しかしながら、本発明によれば、ウエハ乾燥の最適形態は、下向流であることが判明している。超純水を使用する水洗の最後のサイクルは、ウエハをイソプロパノールの沸点（82°C）近くまで加熱するために、温水（たとえば、65～85°C）を使用するのが好ましい。代わりに、ウエハ16は、ウエハ支持容器18および20に取り付けられる加熱バンドまたは他の加熱装置の手段により、その支持容器を通して、固体／固体の直接熱伝達により加熱できる。

最終の水洗サイクル後、容器12は超純水の温水で水力学的に満たされたままとなる。ついで、弁78が開けられる。しかし、水を置換するものが上部に流入していないので、水は容器12から流出しない。ついで、フラッシュ弁と弁70が開き、純粋な飽和イソプロパノール蒸気が入口24を通して容器12に流入する。蒸気が上部容器22に流入するに連れて、水は流体出口28と弁78を通って底部26から流出する。

代わりに、水洗水は軽量ポンプ79により容器12から取り出しができ、その流量は取り出しサイクルの段階に応じて変化する。たとえば、軽量ポンプ79は、界面34が

ウェハの丁度上になるまで、非常に高速で運転され、次いで、界面がウェハを通って降下すると低速になるよう運転される。最後に、界面が最後のウェハ面16を通過すると、ポンプ79回りのバイパス弁78が単に開き、残りの水と乾燥流体はバージガスにより容器から押し出される。

ガス-液体-固体の界面の下向速度は、考慮すべき妥協値があるが、比較的低速で制御されるのが重要であると信じられる。従って、洗浄水の容器12からの流出が速すぎると、液滴がウェハ上に残り、この液滴が蒸発すると汚染物が生じることになる。このため、水をイソプロパノールで置換後にウェハ面上に実質的に液滴が残らないような速度で、乾燥蒸気がウェハから水洗流体を置換するのが好ましい。一方、界面の降下が速いと、乾燥装置の生産性が向上し、また化学薬品の消費量が最小になる。

一般に界面降下速度は、毎分1～4インチの範囲内で満足した結果が得られることが判明している。毎分5インチを越える降下速度では、良好な結果が得られず、他方、毎分1インチ未満の降下速度では、不十分な結果した得られない。また、75°C程度の高い温度の容器は、60°C程度低い温度の容器よりも、界面を速く降下させることにより、良好な乾燥性能を示すことも判明している。同様に、液体が蒸発によりウェハ面から除去されないという要求に合致するように、イソプロパノールを加熱して、より乾燥した蒸気を提供し、ウェハ面上の蒸気凝縮の危険を防止することが好ましい。イソプロパノールのような有機液体の利点は、その圧力とエンタルビ線図内の潜熱曲線が後方に傾斜しているために、圧力降下が生じると、飽和蒸気を相線図の加熱領域中に押し入れるということである。この結果、蒸発器10により生成された飽和蒸気は、フラッシュ弁62を通過すると、より乾燥した飽和蒸気となり、容器12内のウェハ16に供給される。蒸発器10の保持セクション38は、蒸発器10が、補給されることなくウェハの数回分の仕込ができるように、十分な量の液体イソプロパノールを保持するのが好ましい。蒸発器10に新鮮なイソプロパノールを追加する必要がある場合には、保持セクション38内の沸騰しているイソプロパノールの温度をその沸点（大気圧で82°C）以下まで下げることができる。温度を下げるには、保持セクション38に取り付けられる冷却ジャケット（図示されない）を使用すると役立つ。温度が沸点よりも下がると、蒸発器10内の蒸気圧力は減圧される。ついで、弁54が開かれると、液体イソプロパノールは吸い込みにより、貯蔵個所から引き出されて蒸発器10に流入する。この液体イソプロパノールは、一般に、蒸発器自体よりも温度が低いので、蒸発器内の圧力はさらに下がり、再充填操作が促進される。洗浄水が容器12から流出して、弁78または軽量ポンプ79を通してドレイン81または弁83に流入すると、リミット

スイッチ82が、容器12から液体が完全に流出した時点を感じる。この容器が完全に空になると直ちに、ライン64が閉じて、窒素のような乾燥した不活性で非凝縮性ガスが、弁71、68および70を経て導入され、イソプロパノール蒸気を容器12からバージする。窒素ガスも、弁68と70の間にあるセラミックフィルタ69を通過するので、このフィルタは、イソプロパノール通過後に窒素で本質的にバージされる。このバージによりフィルタ内のイソプロパノールの凝縮およびその結果として生じる目詰まりが防止される。

このバージにより、ドレイン弁78を通して容器12の残留しているすべての蒸気が外部へフラッシュされる。窒素ガスは、イソプロパノール蒸気を容器外に押しだし、またウェハ面上にある単層のイソプロパノールとみられるものを除去する。この単層は、非常に揮発性が高いが、その除去のメカニズムは、蒸発とは相違するのは明らかである。

最後に、容器からの使用済みの水とイソプロパノールの最後のものはボイラ14に流入する。ボイラ14と蒸留塔94

の目的は、イソプロパノールと汚染水の混合物を保持し、イソプロパノールを再循環または処分用に再濃縮してその量を少なくすることである。容器12内の液体が一旦空になると、窒素バージが開始される。この窒素ガスは容器12を通過してボイラ14に流入し、凝縮器86とベント88を通して流出する。

イソプロパノールは、界面34が容器12内で降下するにつれて水の上端にある層に濃縮するのは明白であるので、最初に容器12から流出する水の全てを取り除く必要はない。したがって大部分の水は弁81を通して流出せら

れ、液体の最後のペイントまたはそのくらいの量（すなわち、イソプロパノール層とその直下の水）はボイラ14に貯留されて、処理される。液体の量はそのように少量であるので、イソプロパノール／水の混合物は容易に沸騰させることができる。

バンド加熱器92に通電されると、水／イソプロパノール混合物が加熱され、イソプロパノールと水の共沸騰混合物（沸点79°C）は廃水から蒸発される。このガス状の混合物は蒸留塔94を通り、凝縮器86に流入し、凝縮されて、ドレイン90から廃液受け槽95に貯留されるか、もしくは蒸留塔94に還流される。共沸騰混合物と蒸気が除去された廃水は、弁94を通してオーバーフローし、ついで次の運転からの使用済みの水が容器12からボイラ14へ流入する。

実質的にボイラ14は不完全な分離を行うので、凝縮器86から蒸留塔94へ送られる液体は50重量%の水と50重量%のイソプロパノールになる可能性がある。蒸留塔は、次いで、水から共沸騰混合物を分離して、90重量%のイソプロパノールと10重量%の水の共沸騰混合物にする。この共沸騰混合物は、廃液受け槽95、適切な混合タンク、および／もしくはフィルタを通して、必要に応じてバッ

チベースまたは連続的に蒸発器10に再導入できる。

前述のように、水洗後にウエハ面に水が残っていると、縞、斑点および粒状汚染が殆ど例外なく生じる。最小沸点の共沸騰混合物、たとえば水とイソプロパノールを使用する利点は、ウエハ面上の残留水膜はイソプロパノール蒸気と結合すると、共沸騰混合物として直ちにガス層にフラッシュするということである。乾燥効率は、界面34における降下する水洗水の上端にある液体イソプロパノールの厚さに依存するという1つの理論があるが、液体イソプロパノールの層が薄いか、または層が全くないと、処分上の問題が少くなり、流体が少なくなるので好ましい。この理論の有効性に関係なく、縞と斑点は、水面（界面34）の降下速度を減少し、しかも、蒸気の乾燥度（加熱度）を増加することにより最小になることが明白である。

上記の説明は、イソプロパノールの再循環（閉グループシステム）、または処分用に有機液体を濃縮するためのものであるが、回収を再循環用にイソプロパノールまたは他の乾燥蒸気を清浄にすることは、環境及び経済的検討から好ましい。この共沸騰混合物は、沸点が低く、また熱容量と伝達係数を含めた電熱特性が良好であり、新鮮で純粋なイソプロパノール単独使用の場合に比較して、明らかにウエハの粒子性能（清浄度）を犠牲にすることなくこれが達成されている。

特定の理論に拘束されようとしてすることなく、界面34が十分低い速度で降下する場合、水／イソプロパノール界面は、液面が降下するにつれて、ウエハからすべての水滴と共に沸騰混合物の液滴を除去するものと信じられる。しかし界面34の降下が速すぎると、表面張力または水に対する水や他の液滴の親和力が、降下する液体の表面張力を越えるようになる。そうするとウエハ上に液滴が残 *

り、蒸発して縞と汚染物が残される。したがって、本発明の方法には、蒸気による物理的押し出しままたは液体表面による引っ張りが含まれ、この結果、液滴の蒸発ではなく液体に対して蒸気による直接の置換が生じる。

本発明の方法と装置は、水洗と乾燥の段階中に、好ましくは水力学的に満たされる（すなわちシールされる）全開の完全流れシステムであり、そのシステムは水洗と乾燥の間にウエハの移動または取扱を必要としないことは、蒸気の説明から理解される。かかるシステムの利点は、我々の米国特許第4,778,532号に開示されている。本発明により、従来のシステムでは存在した溶解粒子と他の汚染物によるウエハ面の汚染が少くなり、半導体ウエハの乾燥効率は向上される。

本発明は、その精神または主要な特徴から逸脱することなく、他のいろいろな形で実施することができる。

（発明の効果）

本発明の表面乾燥処理方法および装置は、このように、物体の表面を、汚染することなく、確実に乾燥することができる。

20 【図面の簡単な説明】

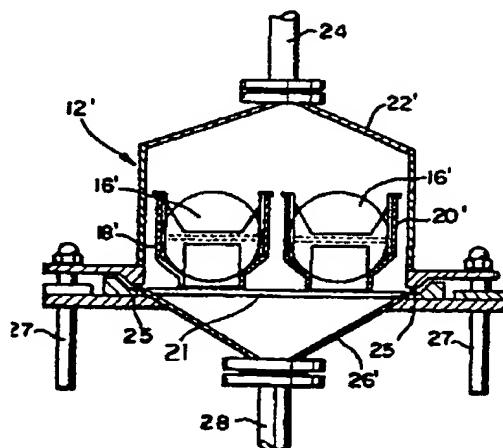
第1図は、本発明の好ましい実施例を示す概略図である。

第2図は、第1図に示すウエハ容器の詳細断面図である。

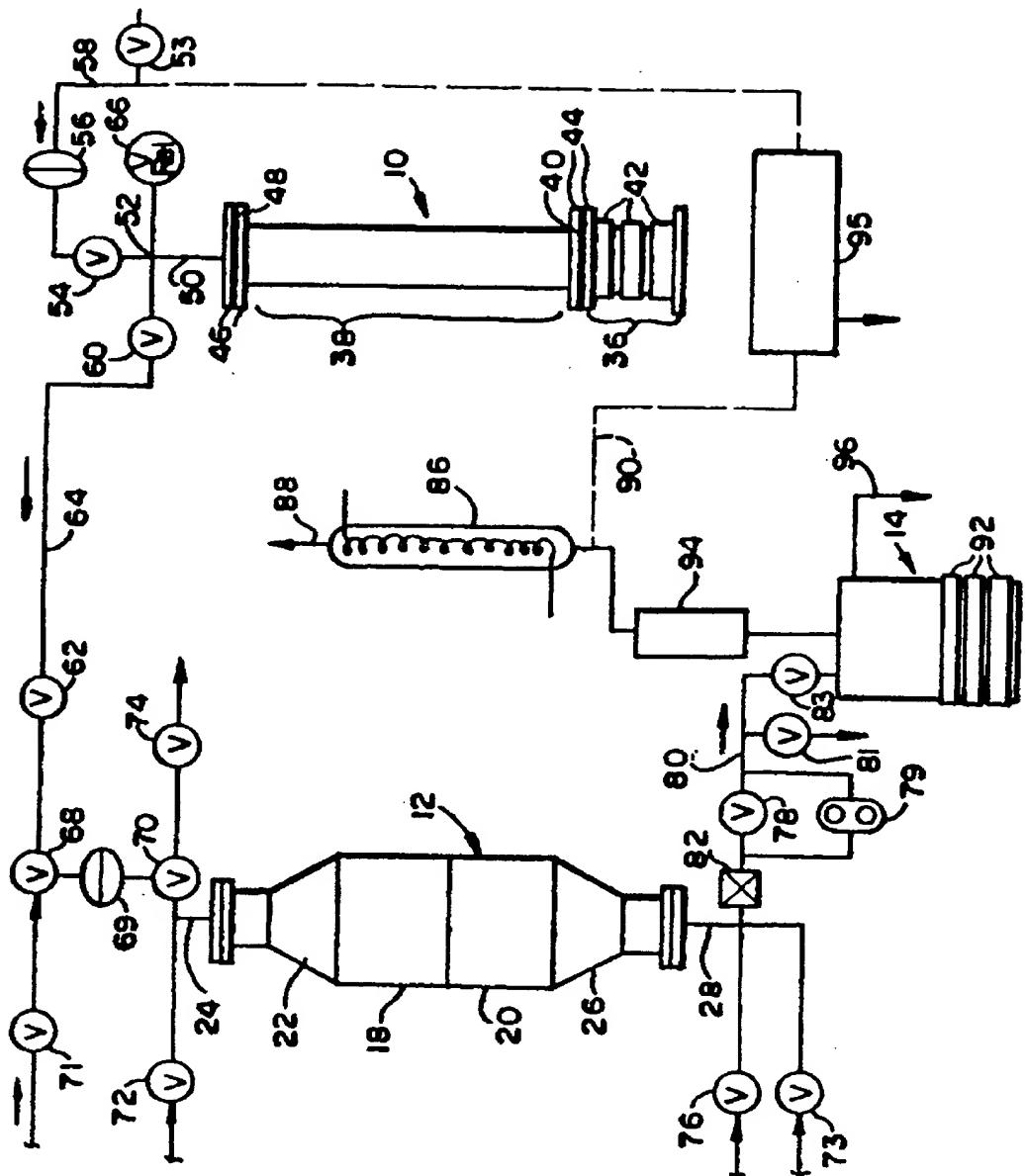
第3図は、ウエハ容器の他の実施例の示す断面図である。

10…蒸発器、12…容器、14…ボイラ、18,20…ウエハ支持容器、24…流体入口、26…下部容器クランプ、28…流体出口、32…乾燥蒸気、36…ボイラセクション、38…保持セクション、94…蒸留塔、95…廃液受け槽。

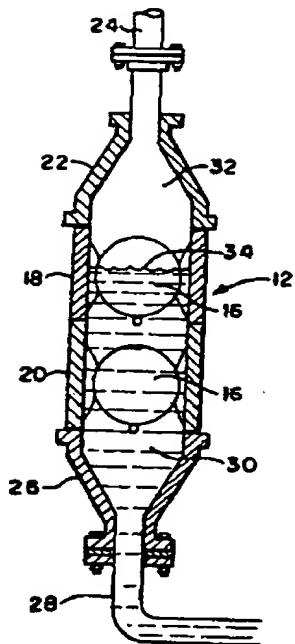
【第3図】



【第1図】



【第2図】



フロントページの続き

(56)参考文献 特開 昭62-245639 (J P, A)
特開 昭61-152020 (J P, A)
特開 昭62-198126 (J P, A)
特開 昭61-295635 (J P, A)
実開 昭61-51830 (J P, U)
実開 昭63-23326 (J P, U)

【公報種別】特許法（平成6年法律第116号による改正前。）第17条の3の規定による補正
 【部門区分】第7部門第2区分
 【発行日】平成11年（1999）2月3日

【公告番号】特公平6-103686
 【公告日】平成6年（1994）12月14日
 【年通号数】特許公報6-2593
 【出願番号】特願平1-306351
 【特許番号】2135270
 【国際特許分類第6版】
 H01L 21/304 361 V
 F26B 7/00

【手続補正書】

1 「特許請求の範囲」の項を「1 水洗流体内に完全に浸漬された物体の表面を乾燥させる方法であって、乾燥蒸気を供給して、該水洗流体の上部に乾燥流体の液体層を生成させる工程と、
 該水洗流体を該物体の該表面から該乾燥流体で直接置換することにより、該水洗流体を該液体層で置換する工程とを包含し、
 該表面は該蒸気と接触するときにその蒸気と実質的に同じ温度であり、
 該水洗流体が該乾燥流体で置換される速度は、前記水洗流体を乾燥流体で置換後に、液滴が該物体の表面に実質的に残らず、その結果、液滴の蒸発により除去する必要がある水洗流体または乾燥流体が実質的でないような十分に遅い速度が選択される、表面乾燥処理方法。
 2 前記水洗流体が液相での水である請求項1に記載の方法。
 3 前記物体の表面が、前記乾燥蒸気により接触される前に該乾燥蒸気の温度前後まで加熱される請求項2に記載の方法。
 4 前記乾燥蒸気の加熱が、前記水洗流体からの熱伝達により行われる請求項3に記載の方法。
 5 前記乾燥蒸気の加熱が、前記物体を懸架する支持容器からの固体同士の熱伝達により行われる請求項3に記載の方法。
 6 前記水洗流体は、前記乾燥蒸気により下向に押される請求項1に記載の方法。
 7 前記水洗流体は、外部のポンプ手段により前記物体から引き離される請求項1に記載の方法。
 8 前記乾燥蒸気は、前記水洗流体の置換後に、乾燥した不活性で非凝縮性ガスを導入することにより前記物体の表面からバージされる請求項1記載の方法。
 9 前記ガスは窒素である請求項8に記載の方法。
 10 前記乾燥蒸気が飽和される請求項1に記載の方法。
 11 前記乾燥蒸気が過熱される請求項1に記載の方法。

12 前記乾燥蒸気は水と相溶性である請求項2に記載の方法。
 13 前記乾燥蒸気は水と最小沸点の共沸騰混合物を生成する請求項2に記載の方法。
 14 前記乾燥蒸気がイソプロパノールである請求項1に記載の方法。
 15 前記乾燥蒸気が共沸騰混合物である請求項1に記載の方法。
 16 前記乾燥蒸気はイソプロパノールと水の共沸騰混合物である請求項1に記載の方法。
 17 前記水洗流体を前記乾燥流体で置換後に、前記物体の表面上に該水洗流体あるいは乾燥流体の液滴が実質的に残らないような速度で、該水洗流体の水面が該物体から下方に降下するように、該水洗流体の上部に乾燥流体の液体層を生成させるために、かつ該水洗流体を十分に流出させて除去し置換するために、該物体を懸架する支持容器を完全に密閉し、かつ、該物体の上から該乾燥蒸気を導入する請求項1に記載の方法。
 18 前記乾燥蒸気は、前記物体の表面と反応性がなく、しかも大気圧において140°C未満の沸点を有する有機化合物である請求項1に記載の方法。
 19 水洗と乾燥の工程の間で前記物体の表面の移動または取扱いを必要としない請求項1に記載の方法。
 20 前記物体が懸架する容器が、前記水洗と乾燥の工程中に水力学的に満たされる請求項1に記載の方法。
 21 前記物体は、水洗流体の取出し直後に乾燥蒸気でガスシールされる請求項20に記載の方法。
 22 前記物体が半導体ウエハである請求項1に記載の方法。
 23 前記乾燥蒸気は、前記物体の表面と接触する前に気相で濾過される請求項1に記載の方法。
 24 前記乾燥蒸気が、前記物体の表面を乾燥した後に集められて再循環される請求項1に記載の方法。
 25 前記乾燥蒸気は、前記水洗流体との共沸騰混合物の形で再循環される請求項24に記載の方法。
 26 前記物体が半導体ウエハであり、前記水洗流体が

温水であり、前記乾燥蒸気がイソプロパノールであり、かつ、該物体を懸架する支持容器を完全に密閉して行う表面乾燥処理方法であって、
ウエハ面上に水もしくはイソプロパノールの液滴が実質的に残らないような速度で、水面がウエハから下方に降下するときに、水上に液体イソプロパノールの層を生成し、前記水を除去して置換するために、ウエハの上からイソプロパノール蒸気を導入する工程を包含する、請求項1に記載の方法。

27 湿り物体の表面を乾燥させる装置であって、
(a) 洗浄流体と乾燥流体と接触するために前記物体を支持する容器と、
(b) 前記乾燥流体を流入させる流入手段と、
(c) 前記水洗流体と前記乾燥流体とを流出させる流出手段と、
(d) 乾燥流体の液体層が該水洗流体の上部で、乾燥蒸気から生成し、該水洗流体を乾燥流体で置換後に液滴が表面上に実質的に残らず、その結果、液滴の蒸発により除去される水洗流体または乾燥流体が実質的でないような十分に遅い速度で水洗流体が乾燥流体により置換されるように、水洗流体が前記容器から流出する速度および乾燥流体が前記容器に流入する速度を制御する制御手段と、

を有する表面乾燥処理装置。

28 完全に密閉されている請求項27に記載の装置。
29 前記物体の表面を、前記乾燥蒸気と接触する前に前記乾燥蒸気の温度前後まで加熱する手段を有する請求項27に記載の装置。

30 前記物体の表面と接触する前に前記乾燥蒸気を過熱するために、前記乾燥蒸気の圧力を減少させる弁手段を有する請求項27に記載の装置。

31 前記流入手段は、前記容器内にある前記物体の上にあり、また前記流出手段はその下にある請求項27に記載の装置。

32 水洗流体の取り出し後に乾燥蒸気で物体をガスシールをするシール手段を有する請求項27に記載の装置。

33 前記乾燥蒸気で前記水洗流体の置換後に乾燥した不活性の非凝縮性ガスを前記容器に導入する手段を有する請求項27に記載の装置。

34 前記物体の表面が前記水洗流体および乾燥蒸気と接触する状態で、前記水洗流体と乾燥蒸気が前記物体表面と接触して通過中に前記物体が動かないように保持する手段を有する請求項27に記載の装置。

35 前記水洗流体と乾燥蒸気が前記物体表面と接触する間に、前記容器を水力学的に満たすようにする手段を有する請求項34に記載の装置。

36 乾燥中に異なるガスの流入を防止するシール手段を有する請求項27に記載の装置。

37 前記容器から流出後に水洗流体と乾燥蒸気との混合物を濃縮する手段を有する請求項27に記載の装置。

38 濃縮した混合物を乾燥蒸気として前記容器へ再循環する手段を有する請求項37に記載の装置。

39 元の流体から飽和した乾燥蒸気を生成する蒸発器手段を有する請求項27に記載の装置。

40 前記蒸発器手段は、前記有機液体用の下部ボイラセクションと上部保持セクション、および前記上部保持セクションの温度を前記有機液体の沸点に維持する手段を有する請求項39に記載の装置。

41 前記温度維持手段には、前記ボイラから前記保持セクションへの伝熱量を制限する手段が設けられている請求項40に記載の装置。

42 前記蒸発器手段は全体が密閉される請求項39に記載の装置。

43 新鮮な有機液体および／もしくは再循環した乾燥流体を前記蒸発器手段に自動的に補給する補給手段を設けた請求項42に記載の装置。

44 前記補給手段は、前記保持セクション内の前記有機液体の温度を前記有機液体の沸点よりも低下させる手段を有する請求項43に記載の装置。

45 新鮮な有機液体および／もしくは再循環した乾燥液体の供給液の温度を、前記保持セクションの温度より低く維持する貯蔵手段を有する請求項44に記載の装置。

46 前記乾燥蒸気を容器手段に流入する前に前記乾燥蒸気相で濾過するフィルタ手段を設けた請求項27に記載の装置。

47 水洗流体として温水を入れた容器内に浸漬された半導体ウエハを乾燥するための表面乾燥処理装置であって、

ウエハ面上に液滴が実質的に残らないような速度で、水面がウエハから下方に降下するときに前記水を除去して置換するために、ウエハの上からイソプロパノール蒸気を導入するようにされており、前記ウエハが前記蒸気と接触したときにその蒸気と実質的に温度が同一であるようにされている、封入された水を十分に流出させるようにされている表面乾燥処理装置。」と補正する。

2 第6欄46行「水でない乾燥」を「水でない乾燥」と補正する。

3 第7欄13行～35行「（課題……作用）」を
「（課題を解決するための手段）」

本発明の表面乾燥処理方法は、水洗流体内に完全に浸漬された物体の表面を乾燥させる方法であって、乾燥蒸気を供給して、該水洗流体の上部に乾燥流体の液体層を生成させる工程と、該水洗流体を該物体の該表面から該乾燥流体で直接置換することにより、該水洗流体を該液体層で置換する工程とを包含し、該表面は該蒸気と接触するときにその蒸気と実質的に同じ温度であり、該水洗流体が該乾燥流体で置換される速度は、前記水洗流体を乾燥流体で置換後に、液滴が該物体の表面に実質的に残らず、その結果、液滴の蒸発により除去する必要がある水

洗流体または乾燥流体が実質的でないような十分に遅い速度が選択され、そのことにより上記従来の問題が解決される。

また、本発明の表面処理装置は、湿り物体の表面を乾燥させる装置であって、(a) 洗浄流体と乾燥流体と接触するために前記物体を支持する容器と、(b) 前記乾燥流体を流入させる流入手段と、(c) 前記水洗流体と前記乾燥流体とを流出させる流出手段と、(d) 乾燥流体の液体層が該水洗流体の上部で、乾燥蒸気から生成し、該水洗流体を乾燥流体で置換後に液滴が表面上に実質的に残らず、その結果、液滴の蒸発により除去される水洗流体または乾燥流体が実質的でないような十分に遅い速度で水洗流体が乾燥流体により置換されるように、水洗流体が前記容器から流出する速度および乾燥流体が前記

容器に流入する速度を制御する制御手段と、を有し、そのことにより上記従来の問題が解決される。

(作用)」と補正する。

4 第9欄25行「容器は」を「容器12'」と補正する。

5 第9欄42行~43行「カズ」を「ガス」と補正する。

6 第11欄31行~32行「弁79」を「弁81」と補正する。

7 第12欄15行「するとなく」を「することなく」と補正する。

8 第16欄9行「上記の説明」を「上記の説明」と補正する。